

Metodologia de Obtenção de Precursores Cerâmicos a Base de Titânio.

*Antonio A. L. Marins^{1, 2} (PG), Rodrigo V. Rodrigues¹ (PG), Luiz C. Machado¹ (PQ), Marcos T. D. Orlando³ (PQ), Paulo C. M. da Cruz³ (PG), Marcelo C. S. De Macêdo⁴ (PQ), Jivaldo do R. Matos⁵ (PQ).
*gutomarins2@gmail.com

¹DQUI/LPNM –UFES – Av. Fernando Ferrari, 514, Campus de Goiabeiras – Vitória/ES – CEP: 29075-910. ²Uniest – Cariacica – Rua Antônio Peixoto s/no – Campo Grande/ES – CEP: 29146-785. ³DFIS/PRESLAB – UFES – Av. Fernando Ferrari, 514, Campus de Goiabeiras – Vitória/ES – CEP: 29075-910. ⁴DEM/UFES – Av. Fernando Ferrari, 514, Vitória/ES – CEP: 29075-910. ⁵IQ/LATIG – USP – Av. Prof. Lineu Prestes, 748, – São Paulo/SP – CEP: 05508-000

Palavras Chave: Acetato, Síntese, Alcóxido, Titanatos, Precursor Cerâmico.

Introdução

Um importante legado da pesquisa em química no século XX constitui-se no desenvolvimento de novos processos de produção de materiais cerâmicos. Para o processamento de cerâmicas finas, os alcóxidos metálicos permitiram que fossem abertas uma extensa variedade de abordagens sintéticas [1]. As reações de alcóxidos metálicos compreendem: (1) formação de complexos com os ligantes doadores ou os alcóxidos de outros metais; (2) a substituição parcial ou total para os OR-grupos, e (3) reações de degradação – como a oxidação e a hidrólise levando à formação de oxo-ligantes [2].

Neste trabalho, combinou-se o isopropóxido de Ti^{4+} com o acetato de Cr^{2+} hidratado de forma a gerar um precursor cerâmico bimetálico estabilizado por pontes aniônicas (acetato, alcóxido). Este precursor quando submetido a tratamento térmico irá passar pelas etapas: perda de material orgânico, hidrólise e interpenetração dos óxidos [3, 4]. O dois processos combinados permitirão a obtenção de compostos de partículas em escala nanométrica resultando em materiais com interessantes propriedades elétricas, magnéticas ou óticas [5].

Resultados e Discussão

O composto com caráter polimérico inorgânico contém os íons Cr^{3+} e o Ti^{4+} , de cor verde claro e a fórmula $Cr_6Ti_8C_{37}H_{98}O_{68}$, calculada (2330,20 g/mol) a partir de resultados de TG e análise elementar*, como segue: % Cr – Teor. = 14,34, Exp. = 13,42 e TG = 13,42; % Ti – Teor. = 17,60, Exp. = 16,48 e TG = 16,48; % C – Teor. = 19,87 e Exp. = 19,25; % H – Teor. = 4,78 e Exp. = 4,21. *CHN e ICP-OES. Para confirmar algumas características do oxoprecursor sintetizado, como caráter cristalino/amorfo, o grau de polimerização foram realizadas análises como: FTIR; análise elementar, TG/DTG, DSC e DRX e MEV. No FTIR é possível perceber a presença dos grupos alcóxidos e acetato, de acordo com as regiões em destaque na Figura 1. O DRX mostrado na Figura 2 indica a baixa cristalinidade apresentada pelo precursor. O tratamento térmico do precursor cerâmico a várias temperaturas, Figura 3, gerou óxidos com tamanhos de partículas em escala nanométrica, como indicado pelas Figura 3 e pela Figura 4.

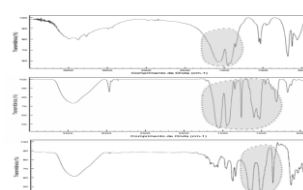


Figura 1: FTIR do $Cr_2(O_2CCH_3)_4 \cdot 2H_2O$, do $Cr_6Ti_8C_{37}H_{98}O_{68}$ e do $Ti(OPr)_4$

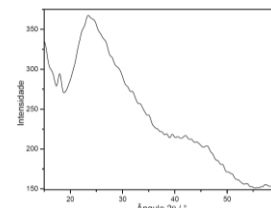


Figura 2: DRX do Precursor Cerâmico

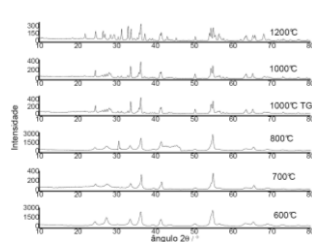


Figura 3: DRX dos óxidos a partir do TT

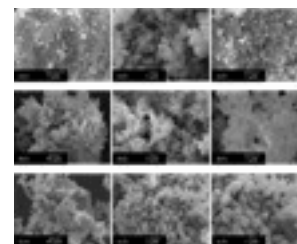


Figura 4: MEV dos óxidos a partir do TT

Conclusões

O processo de construção sintética permite que o precursor cerâmico à base de Ti e Cr seja mantido por pontes de alcóxido e acetato, que retarda o processo hidrolítico promovido pelas moléculas de água contidas no acetato. sem que no entanto bem como o seu material cerâmico, via a metodologia proposta em escala nanométrica. Sob tratamento térmico o precursor perde parte orgânica, torna-se parcialmente hidrolisado permitindo o processo de interpenetração dos óxidos. A metodologia proposta torna viável a obtenção de óxidos bimetálicos da série $Cr_2Ti_{x-2}O_{2x-1}$ com características nanométricas.

Agradecimentos

LATIG-USP, LQES-UNICAMP, PRES LAB-UFES

¹BRADLEY, D. C.; MEHROTRA, R. C.; GAUR, D. P. *Metal Alkoxides*. 2nd edition. London, Academic Press, 1978.

²TUROVA, N. Ya.; TUREVSKAYA, E. P.; KESSLER, V. G.; YANOVSKAYA, M. I. *The Chemistry of Metal Alkoxides*. Kluwer Academic Publishers, 2002.

³KALLALA, M.; SANCHEZ, C.; CABANE, B. *Structures of inorganic polymers in sol-gel processes based on titanium oxide*. Physical Review E, **48**, 3692, (1993).

⁴HENCH, Larry L.; WEST, Jon K.. *The Sol-Gel Process*. Chem. Rev., **90**, 33, (1990).

⁵MACHADO, L.C.; MORIGAKI, M. K.; MARINS, A. A. L.; MURI, E. J. B.; FREITAS, J. C. C.. *Oxochloroalkoxide of the Cerium (IV) and Titanium (IV) as Oxides Precursor*. Quim. Nova, **25**, 897, (2002).